

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 2004067931 A

(43) Date of publication of application: 04.03.04

(54) METHOD FOR PRODUCING AQUEOUS DISPERSION OF GOLD AND INK FOR INK-JET RECORDING

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing an aqueous dispersion of gold having excellent dispersion stability of gold even at a high gold concentration and provide an ink for ink-jet recording having excellent dispersion stability and surely reproducing the gold color.

SOLUTION: The method for the production of an aqueous dispersion of gold contains (1) a step to mix a reaction water phase composed of an aqueous solution of

chloroauric acid (HAuCl_4) with an organic phase composed of a hydrophobic organic solvent solution of a tetraalkyl ammonium salt to transfer the chloroauric acid to the organic phase, (2) a step to add a reducing agent to the system, (3) a step to mix the organic phase with "a transfer water phase composed of the aqueous solution containing a compound of general formula (I)" and (4) a step to separate the transfer water phase from the organic phase. General formula (I) is $\text{HS}(\text{CH}_2)_n\text{-X}$ wherein X is a hydrophilic group; and (n) is an integer of 1-12. The ink for ink-jet recording contains the aqueous dispersion of gold.

COPYRIGHT: (C)2004,JPO

(51) Int. Cl C09C 1/00
 B22F 9/24
 B41J 2/01
 B41M 5/00
 C09D 11/00
 C09D 17/00

(21) Application number: 2002231438

(22) Date of filing: 08.08.02

(71) Applicant: SEIKO EPSON CORP

(72) Inventor: KOYANAGI TAKASHI
 TAKEMOTO KIYOHIKO
 SON HITONORI
 FUKUI TOSHIMI
 SATO AYAKO
 YAMADA KENJI

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-67931

(P2004-67931A)

(43) 公開日 平成16年3月4日(2004.3.4)

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C09C 1/00	C09C 1/00	2 C056
B22F 9/24	B22F 9/24	2 H086
B41J 2/01	B41M 5/00	4 J037
B41M 5/00	C09D 11/00	4 J039
C09D 11/00	C09D 17/00	4 K017
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 12 頁) 最終頁に続く		
(21) 出願番号	特願2002-231438 (P2002-231438)	(71) 出願人 000002369
(22) 出願日	平成14年8月8日 (2002.8.8)	セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
		(74) 代理人 100099195 弁理士 宮越 典明
		(72) 発明者 小柳 祐 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
		(72) 発明者 竹本 清彦 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
		(72) 発明者 孫 仁徳 京都府京都市下京区中堂寺南町134番地 京都リサーチパーク 株式会社関西新技術研究所内
		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】金の水系分散液の製造方法及びインクジェット記録用インク

(57) 【要約】

【課題】金を高濃度で含有しても、金の分散安定性に優れる金の水系分散液の製造方法、及び、分散安定性に優れると共に金色を確実に再現し得るインクジェット記録用インクを提供すること。

【解決手段】下記工程を有する金の水系分散液の製造方法、及び、金の水系分散液を含有するインクジェット記録用インク。

(1) 塩化金酸(HAuCl₄)水溶液から構成される反応用水相と、テトラアルキルアンモニウム塩の疎水性有機溶液から構成される有機相とを混合して、塩化金酸を有機相に移動させる工程。

(2) 還元剤を添加する工程。

10

(3) 有機相と、下記一般式(I)で表される化合物を含む水溶液から構成される移動用水相」とを混合する工程、及び、

HS(C₂H₅)_n-X (I)

(式中、Xは親水性基を表し、nは1~12の整数である。)

(4) 移動用水相と有機相とを分離する工程

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記工程を有する、金の水系分散液の製造方法。

(1) 塩化金酸(HAuCl₄)水溶液から構成される反応用水相と、テトラアルキルアンモニウム塩の疎水性有機溶液から構成される有機相とを混合する工程、

(2) 還元剤を添加する工程、

(3) 前記有機相と、「下記一般式(I)で表される化合物を含む水溶液から構成される移動用水相」とを混合する工程、及び、

HS(Ch₂)_n-X (I)

(式中、Xは親水性基を表し、nは1~12の整数である。)

(4) 前記移動用水相と前記有機相とを分離する工程

【請求項2】

前記一般式(I)で表される化合物が、下記一般式(II)で表される化合物とアルカリ性化合物とを混合することにより形成させられる、請求項1に記載の金の水系分散液の製造方法。

HS(Ch₂)_n-A (II)

(式中、Aは酸基を表し、nは1~12の整数である。)

【請求項3】

前記一般式(II)において、Aが、カルボン酸及び/又はスルホン酸である、請求項2に記載の金の水系分散液の製造方法。

【請求項4】

前記一般式(I)において、Xが、カルボン酸塩及びスルホン酸塩からなる群から選択される1種以上である、請求項1に記載の金の水系分散液の製造方法。

【請求項5】

請求項1~4のいずれか一項に記載の金の水系分散液の製造方法から得られる金の水系分散液を含有する、インクジェット記録用インク。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、金の水系分散液の製造方法及びインクジェット記録用インクに関する。

【0002】

【従来の技術】

インクジェット記録方法は、微細なノズルからインク組成物(本明細書において、単にインクともいう)を小滴として吐出して、文字や図形を紙等の記録媒体表面に記録する方法である。インクジェット記録方法としては、電歪素子を用いて電気信号を機械信号に変化して、ノズルヘッド部分に貯えたインクを断続的に吐出して記録媒体表面に文字や記号を記録する方法や、ノズルヘッド部分に貯えたインクを吐出部分に極めて近い個所で急速に加熱し泡を発生させ、その泡による体積膨張で断続的に吐出することで記録媒体表面に文字や記号を記録する方法などが開発、実用化されている。

そして、インクジェット記録方法によれば、高解像度で高品位な画像を高速且つ簡便に印刷することが可能で、特に、カラー印刷においては写真に代わりうる画像形成方法となってきた。

【0003】

近年、カラー印刷において、様々な色の再現が益々求められるようになっており、中でも金色や銀色等を再現できるインクジェット記録用インクが求められている。

【0004】

金色を再現するための金の水系分散液としては、金イオンを含む酸性水溶液にクエン酸等の還元剤を添加して得られる金の水系分散液が知られている。

しかしながら、金の水系分散液は、分散安定性が不十分であるので、それを解決するため上記金の水系分散液に界面活性剤等の添加剤を添加することが行われている(特開平7

10

20

30

40

50

- 204493号公報及び特開平8-89788号公報参照)。

【0005】

また、金イオンを含む酸性水溶液に、特定の保護高分子を添加することによって、還元剤を使用することなく金を水に分散させる技術も知られている(特開2000-281797号公報及び特開2000-160210号公報参照)。

しかしながら、これらの中の金の水系分散液でも、金の分散状態を確実に維持するのは困難であり、そのためには金の含有量を少なくとも0.1重量%以下とする必要があるが、金の含有量の低い水系分散液は、インクジェット記録用インクとして使用しても殆ど発色が得られない。

【0006】

一方、インクジェット記録用インクとして使用するために、金の水系分散液中の金の含有量を5重量%程度に調整すると、分散できない金が析出してしまうため、インクジェット記録用インクとしては使用できなかった。そのため、金色を発現させるインクジェット記録用インクは実用化されるに至っていない。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記問題を解決するものであり、金を高濃度で含有しても、金の分散安定性に優れる金の水系分散液の製造方法、並びに、分散安定性に優れると共に金色を確実に再現し得るインクジェット記録用インクを提供することを目的とするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、鋭意検討した結果、特定の化合物を金の微粒子と組み合わせることによって、上記目的を達成し得ることを見出し、本発明に至った。

すなわち、本発明は、以下の通りである。

[1] 下記工程を有する、金の水系分散液の製造方法。

(1) 塩化金酸(HAuCl₄)水溶液から構成される反応用水相と、テトラアルキルアンモニウム塩の疎水性有機溶液から構成される有機相とを混合する工程、

(2) 還元剤を添加する工程、

(3) 前記有機相と、下記一般式(I)で表される化合物を含む水溶液から構成される移動用水相とを混合する工程、及び、

HS(CH₂)_n-X (I)

(式中、Xは親水性基を表し、nは1~12の整数である。)

(4) 前記移動用水相と前記有機相とを分離する工程

【0009】

[2] 前記一般式(I)で表される化合物が、下記一般式(II)で表される化合物とアルカリ性化合物とを混合することにより形成させられる、上記[1]に記載の金の水系分散液の製造方法。

HS(CH₂)_n-A (II)

(式中、Aは酸基を表し、nは1~12の整数である。)

【0010】

[3] 前記一般式(II)において、Aが、カルボン酸及び/又はスルホン酸である、上記[2]に記載の金の水系分散液の製造方法。

[4] 前記一般式(I)において、Xが、カルボン酸塩及びスルホン酸塩からなる群から選択される1種以上である、上記[1]に記載の金の水系分散液の製造方法。

【0011】

[5] 上記[1]~[4]のいずれかに記載の金の水系分散液の製造方法から得られる分散液を含有する、インクジェット記録用インク。

【0012】

なお、上記一般式(I)で表される化合物を含有する水系金微粒子分散液へ、臭化アルキルアンモニウムを含有する有機相から金微粒子を容易に移動させ、且つ金微粒子を濃縮す

10

20

30

40

50

きる理由は明確ではないが、以下のように推測される。

従来の金微粒子分散液の製法では、金微粒子の表面は塩化物イオン等が吸着されて帶電し、静電反発力によって分散安定性を得ている。しかしながら水系の環境下で、イオン吸着による分散安定化だけでは、金微粒子の濃度が高くなり分散液中のイオン量が増えた場合には、塩析されたような状態になる為、分散が不安定になり金微粒子が凝集して沈降・沈殿が生成する等の不具合を生じる。

それに対して、トルエンのような疎水性有機溶媒中では、水溶性イオン性物質の混入による凝集・沈降を防止出来るので、静電反発力による分散安定化が比較的容易である。しかし塩化金酸の還元による金微粒子の還元反応自体を疎水性有機溶媒中で行う事は、塩化金酸の溶解性の問題から困難である。

そこで、本発明では水-有機溶媒の2相系で塩化金酸の還元及び金微粒子の生成を行う。テトラアンモニウム化合物の効果により、塩化金酸を有機相へ移動させ、有機相-水相界面での還元反応により生成した金微粒子の有機相への移動により凝集による沈降・粗大粒子の発生による沈殿を防止する。さらに、化合物(I)の効果により、金微粒子を有機相より水相へ安定な状態で移動させる。

【0013】

一般的に、硫黄原子は金表面に対して特異的に吸着される事が知られており、チオール(-SH)基や-S-S-結合を有するジスルフィドのような化合物等は金表面に対して、これら官能基が金表面に配向するように吸着する事が知られている。本発明ではこの現象を利用し、水溶性であり、親水基を有するチオール化合物(I)を含有する水相と疎水性有機溶媒からなる金微粒子分散液を混合し、化合物(I)を金微粒子表面に吸着させ、金微粒子表面に化合物(I)からなる保護層を設け、その表面を親水性に改質する事によって、金微粒子を水相に移動させ、なおり分散安定性を確保する事を達成している。金微粒子-保護層界面はAu-Sの相互作用によって、強固に吸着している。また保護層表面は親水性官能基が配列する為、水系の環境下では良好な分散安定性を示す。また、直鎖アルキル基の鎖長を変化させる事で保護層の厚さを制御する事も可能である。

このように、上記一般式(I)で表される化合物を使用する事で金微粒子表面に凝集を防止し、分散安定性を向上する保護層が形成され、従来の方法では不可能であった金微粒子の高濃度化が可能になったのではないかと考えている。

また、上記の機構はあくまで仮定であって、本発明はこの機構に限定して解釈されるものではない。

【0014】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態を詳細に説明する。

金の水系分散液の本発明の実施形態に係る製造方法は、下記の(1)～(4)の工程を有することを特徴とする。

(1) 塩化金酸(HAuCl₄)水溶液から構成される反応用水相と、テトラアルキルアンモニウム塩の疎水性有機溶液から構成される有機相とを混合する工程、

(2) 還元剤を添加する工程、

(3) 前記有機相と、下記一般式(I)で表される化合物を含む水溶液から構成される移動用水相とを混合する工程、及び、

HS(CH₂)_n-X (I)

(式中、Xは親水性基を表し、nは1～12の整数である。)

(4) 前記移動用水相と前記有機相とを分離する工程

【0015】

工程(1)において使用される、テトラアルキルアンモニウム塩の疎水性有機溶液中のテトラアルキルアンモニウム塩としてのアルキル基は、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよく、通常炭素数1～16の、好ましくは炭素数1～12の置換されてもよいアルキル基であり、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘプチル基、ヘキシル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシ

10

20

30

40

50

ル基、ヘキサデシル基、2-クロロエチル基、2-ブロモエチル基、2-シアノエチル基、2-メトキシカルボニルエチル基、2-メトキシエチル基、3-ブロモプロピル基等が挙げられる。中でも、オクチル基が好ましい。従って、本発明において好ましいテトラアルキルアンモニウム塩は、テトラオクチルアンモニウム塩である。

より具体的には、臭化テトラアルキルアンモニウム、塩化テトラアルキルアンモニウム等を挙げることができ、中でも、臭化テトラアルキルアンモニウムが好ましい。

【0016】

また、工程(1)において使用される、テトラアルキルアンモニウム塩の疎水性有機溶液中の疎水性有機溶液としては、限定されるものではないが、ペンゼン、トルエン、キシレン、シクロヘキサン、ソルベントナフサ等の芳香族炭化水素系、n-ヘキサン、n-ヘプタン、ミネラルスビリット等の通常の有機溶媒が使用され、好ましく芳香族炭化水素系の有機溶媒であり、特にはトルエンが好ましい。

10

本発明の実施形態においては、このテトラアルキルアンモニウム塩が、塩化金酸を反応用水相から有機相へ移動させるための移動助剤の作用をしていると考えられる。

工程(1)における反応用水相と有機相との混合時間は、2時間以上が好ましく、これにより、塩化金酸を有機相に充分に移動させることができる。

【0017】

工程(2)において使用される還元剤は、限定されるものではないが、水素化ホウ素ナトリウム、ヒドロキノン、ヒドラジン等が挙げられる。

20

ここで、還元剤は水溶性のものが好ましく、特に水素化ホウ素ナトリウムが好ましい。本発明の実施形態においては、限定されるものではないが、この還元剤による還元反応が、反応用水相と有機相との界面で行われ、ゆっくりと反応が進行し、そのため金の凝縮が起こりにくくなり、ひいては微粒子の金を安定的に分散させることができたものと推測される。

【0018】

工程(3)において使用される移動用水相は、一般式(I)で表される化合物を含む水溶液から構成される。

この移動用水相に含まれる一般式(I)で表される化合物は、塩化金酸を有機相から移動用水相へ移動させる作用をしていると考えられる。

30

この有機相と移動用水相との混合時間は、2時間以上であることが好ましく、これにより、金微粒子を移動用水相に充分に移動させることができる。

【0019】

一般式(I)中、Xは親水性基を表し、カルボン酸、スルホン酸及びそれらの塩を挙げることができる。特にはカルボン酸塩及び/又はスルホン酸塩であり、これにより、金の水系分散液の分散安定性をより確実に確保できる。特に好ましくはカルボン酸塩である。具体的には、カルボン酸及びスルホン酸のナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩、アンモニウム塩、有機アミン塩等が挙げられる。

nは1~12の整数であり、好ましくは2~10である。

【0020】

上記の一般式(I)で表される化合物には、直鎖のアルキル基の一端にメルカフト基を有し、他端に親水性官能基、例えはカルボキシル基、スルホン基及びそれらの塩等を有する水溶性化合物が挙げられる。例えはカルボキシル基を有するものには、3-メルカフトプロピオン酸、5-カルボキシ-1-ベンタントノール、7-カルボキシ-1-ヘプタンオール、11-メルカフトウンテカン酸等が、カルボン酸塩を有するものには、3-メルカフトプロピオン酸ナトリウム等が、スルホン酸塩を有するものには、2-メルカフトエタンスルホン酸ナトリウム塩等が挙げられる。

40

【0021】

好ましくは、一般式(I)で表される化合物は、下記一般式(II)で表される化合物とアルカリ性化合物とを混合することにより形成させられる。

$\text{HS}(\text{CH}_2)_n - \text{A}$ (II)

50

(式中、Aは酸基を表し、nは1～12の整数である。)

【0022】

一般式(I)中、Aは酸基を表し、特にはカルボン酸又はスルホン酸であり、これらの中から1種以上が選択される。特に好ましくはカルボン酸である。

nは1～12の整数であり、好ましくは2～10である。

【0023】

一般式(I)で表される化合物を形成させる際に使用されるアルカリ性化合物は、限定されるものではないが、例えは、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属の水酸化物、アンモニア、有機アミンが挙げられる。中でも、アルカリ金属の水酸化物が好ましく、特には水酸化ナトリウムが好ましい。

ここで、アルカリ性化合物の添加量は、少なくとも一般式(I)におけるAで表される酸基を中和し得る量であることが好ましい。すなわち、一般式(I)におけるAで表される酸基1当量に対して、アルカリ性化合物は1当量以上であるのが好ましく、より好ましくは0.9～1.1当量である。

【0024】

金の水系分散液の本発明の実施形態に係る製造方法において、塩化金酸(HAuCl₄)水溶液は、通常0.1～20重量%の、好ましくは0.5～5重量%の濃度のものが使用される。また、テトラアルキルアンモニウム塩の疎水性有機溶液は、通常0.1～10重量%の、好ましくは1～5重量%の濃度のものが使用される。両者の混合比は、好ましくは反応用水相：有機相=10：90～90：10、より好ましくは20：80～80：20である。

【0025】

また、工程(2)における還元剤の添加量は、塩化金酸(HAuCl₄)の重量に対して、好ましくは20～2000重量%、より好ましくは100～1500重量%である。更に、工程(3)における一般式(I)で表される化合物を含む水溶液の添加量は、塩化金酸(HAuCl₄)の重量に対して、一般式(I)で表される化合物が、好ましくは0.01～1重量%、より好ましくは0.05～0.5重量%となる量である。

【0026】

なお、本発明の実施形態においては、工程(2)の後に、有機相と反応用水相とを一旦分離して工程(3)を行う方法、あるいは、工程(2)の後に、反応用水相に一般式(I)で表わされる化合物を添加することによって、工程(3)において、反応用水相を移動用水相としても使用する方法、のどちらを採用しても良い。

【0027】

本発明の実施形態においては、この方法により、金を高濃度(0.1重量%以上)で含有しながらも、高い分散安定性を維持し得る金の水系分散液を得ることができる。

【0028】

尚、上記方法によって得られた分散液中に含有される金の微粒子は、通常平均粒径100nm以下であり、より好ましくは50nm以下である。また、通常、平均粒径20nm以下となっている。

【0029】

上記方法によって得られた金の水系分散液は、限定されるものではないが、薬品、化粧品、食品、水性塗料、及び、金色及び金の各種特性を再現するための各種インク等に適用することができるが、特には金色及び金の各種特性を再現するための各種インクに適用されるのが好ましい。

【0030】

次に、インクジェット記録用インクについて説明する。

本発明の実施形態に係るインクジェット記録用インクは、上記した金の水系分散液を含有することを特徴とする。ここで、金微粒子は、インク中に好ましくは1～10重量%、より好ましくは2～5重量%となるように含有される。

【0031】

10

20

30

40

50

また、本発明の実施形態に係るインクジェット記録用インクは、通常のインクジェット記録用インクに使用されている各種添加剤を添加することが可能である。

本発明の実施形態に係るインクジェット記録用インクに含有され得る添加剤としては、湿潤剤、浸透剤、界面活性剤、PH調整剤等が挙げられる。

【0032】

インクジェット記録用インクは、保水性と湿潤性をもたらす目的で、高沸点水溶性有機溶媒からなる湿潤剤を含有するのが好ましい。このような高沸点水溶性有機溶媒の具体例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ボリエチレングリコール、ボリアロビレングリコール、アロビレンクリコール、ブチレングリコール、1.2.6-ヘキサントリオール、チオグリコール、ヘキシレンクリコール、グリセリン、トリメチロールアロバン、などの多価アルコール類等を挙げることができる。この中でも、沸点が180℃以上の高沸点水溶性有機溶媒が好ましい。これらの高沸点水溶性有機溶媒は単独または2種以上混合して使用することができる。これらの高沸点水溶性有機溶媒の含有量は、インクジェット記録用インクの全重量に対して、好ましくは0.01～20重量%の範囲程度であり、より好ましくは5～20重量%の範囲である。

10

【0033】

インクジェット記録用インクは、水性溶媒の記録媒体に対する浸透を促進する目的で、浸透剤を含有するのが好ましい。水性溶媒が記録媒体に対して素早く浸透することによって、画像のみが少ない記録物を確実に得ることができる。このような浸透剤としては、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノ-*n*-アロビルエーテル、エチレングリコールモノ-*i*SO-アロビルエーテル、ジエチレングリコールモノ-*i*SO-アロビルエーテル、エチレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、トリエチレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、エチレングリコールモノ-セーブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-セーブチルエーテル、1-メチル-1-メトキシブタノール、アロビレンクリコールモノメチルエーテル、アロビレンクリコールモノエチルエーテル、アロビレンクリコールモノセーブチルエーテル、アロビレンクリコールモノ-*n*-ブロビルエーテル、アロビレンクリコールモノ-*i*SO-アロビルエーテル、ジアロビレンクリコールモノメチルエーテル、ジアロビレンクリコールモノエチルエーテル、ジアロビレンクリコールモノ-*n*-アロビルエーテル、ジアロビレンクリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、ジアロビレンクリコールモノ-*n*-ブチルエーテル等の多価アルコールのアルキルエーテル類（グリコールエーテル類ともい）、および1.3-アロバンジオール、1.4-アタンジオール、1.5-ベンタンジオール、1.6-ヘキサンジオール、1.7-ヘプタンジオール、1.8-オクタンジオール、1.2-ベンタンジオール、1.2-ヘキサンジオール等の直鎖炭化水素のジオール類から適宜選択されて良いが、特に、アロビレンクリコールモノブチルエーテル、ジアロビレンクリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、1.2-ベンタジオール、1.2-ヘキサンジオールが好ましい。これらの浸透剤の含有量は、インクジェット記録用インクの全重量に対して、好ましくは0～20重量%、さらに好ましくは0～10重量%である。特に、1.2-ベンタジオール、1.2-ヘキサンジオール等の1.2-アルキルジオールを用いることによって、印字後の乾燥性とみが格段に改善される。

20

30

40

【0034】

また、前掲したグリコールエーテル類を使用する場合には、特に、グリコールエーテル類と後述する界面活性剤としてのアセチレングリコール化合物とを併用するのが好ましい。さらに、水溶性有機溶媒としては、2-ビロリドン、N-メチルビロリドン、ε-カプロラクタム、ジメチルスルホキシド、スルホラン、モルホリン、N-エチルモルホリン、1

50

3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等の極性溶媒を挙げることができ、これらから一種以上選択して用いるのが好ましい。

これらの極性溶媒の含有量は、インクシェット記録用インクの全重量に対して、好ましくは0.01重量%～20重量%であり、より好ましくは1重量%～10重量%である。

[0 0 3 5]

また、インクジェット記録用インクは、界面活性剤、特にアニオン性界面活性剤およびまたはノニオン性界面活性剤を含んでなることが好みしい。アニオン性界面活性剤の具体例としては、アルカンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、アルキルベンセンスルホン酸塩、アルキルナフタリンスルホン酸、アシルメチルタウリン酸、ジアルキルスルホ琥珀酸等のスルホン酸型、アルキル硫酸エステル塩、硫酸化油、硫酸化オレフィン、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩：脂肪酸塩、アルキルサルコシン塩などのカルボン酸型、：アルキルリン酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸エステル塩、モノグリセライドリン酸エステル塩などのリン酸型エステル型、：等が挙げられる。また、ノニオン性界面活性剤の具体例としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンアルキルアミドなどのエチレンオキシド付加型：グリセリンアルキルエステル、ソルビタンアルキルエステル、シュガーアルキルエステルなどのポリオールエステル型：多価アルコールアルキルエーテルなどのポリエーテル型：アルカノールアミン脂肪酸アミドなどのアルカノールアミド型：が挙げられる。

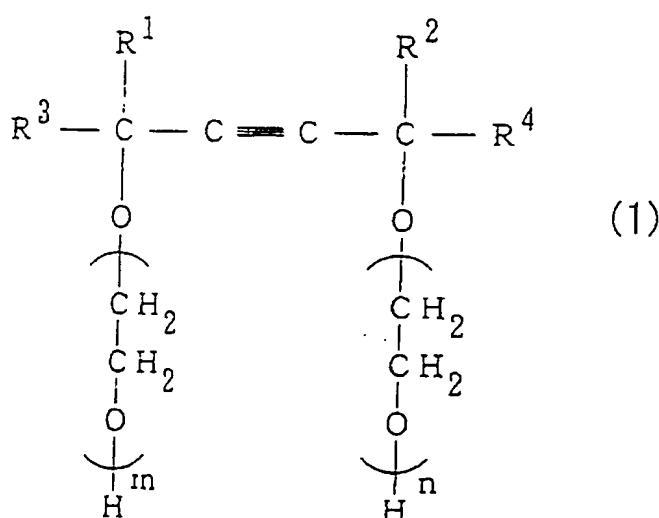
[0 0 3 6]

特に、インクジェット記録用インクは、界面活性剤としてアセチレングリコール化合物を含んでなることが望ましい。アセチレングリコール化合物の添加によって、インクを構成する水性溶媒の記録媒体への浸透性を高くでき、種々の記録媒体において みの少ない印刷が期待できる。

本発明において用いられるアセチレンクリコール化合物の好ましい具体例としては、下記の式(1)で表される化合物が挙げられる。

[0037]

【化 1】



[0 0 3 8]

上記式(1)において、 m 及び n は、それぞれ $0 \leq m+n \leq 50$ を満たす数である。また、 R_1 、 R_2 、 R_3 及び R_4 は、それぞれ独立してアルキル基(好ましくは炭素数6以下のアルキル基)である。

上記式(1)で表される化合物の中でも、特に好ましくは、2、4、7、9-テトラメチル-5-デシン-4、7-ジオール、3、6-ジメチル-4-オクチノ-3、6-ジオール、3、5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オールなどが挙げられる。上記式(1)で表される化合物は、アセチレンクリコール系界面活性剤として市販されている市販品を利用するのも可能であり、その具体例としては、サーフィノール104、82、465、485またはTG(いずれもAir Products and Chemicals社より入手可能)、オルフィンSTG、オルフィンE1010(以上、日信化学社製商品名)が挙げられる。

【0039】

これらの界面活性剤の含有量は、インクジェット記録用インクの全重量に対して、好ましくは0.01~10重量%の範囲であり、より好ましくは0.1~5重量%である。

【0040】

また、インクジェット記録用インクは、糖を含有してもよい。水溶性で保水効果のある糖を使用することによって、水分の蒸発の抑制効果が高まり、ヘッドのノズル先端部での乾燥によるインクの粘度上昇やインクの固化を防止できるため、インクの目詰まりをより確実に防止することができる(目詰まり信頼性を向上でき)、長期にわたって良好な吐出安定性を確保することができる。糖としては、単糖類、少糖類、多糖類あるいは配糖体などを挙げることができ、アルテヒド型、ケトン型あるいは糖アルコール型を挙げることができる。

糖の含有量は、インクジェット記録用インクの全重量に対して、好ましくは2~10重量%である。

【0041】

また、インクジェット記録用インクは、必要に応じて、pH調整剤を含有することもできる。好ましくは、pHを7~12の範囲、より好ましくは、8~10の範囲に設定される。pH調整剤としては、具体的には水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム、リン酸ナトリウム、リン酸カリウム、リン酸リチウム、リン酸ニ水素カリウム、リン酸水素ニカリウム、シウ酸ナトリウム、シウ酸カリウム、シウ酸リチウム、ホウ酸ナトリウム、四ホウ酸ナトリウム、フタル酸水素カリウム、酒石酸水素カリウムなどのカリウム金属類、アンモニア、メチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン塩酸塩、トリエタノールアミン、モルホリン、プロパンノールアミンなどのアミン類などが好ましい。

【0042】

さらに、インクジェット記録用インクは、防カビ、防腐、防錆の目的で、安息香酸、ジクロロフェン、ヘキサクロロフェン、ソルビン酸、P-ヒドロキシ安息香酸エステル、エチレンジアミン四酢酸(EDTA)、デヒドロ酢酸ナトリウム、1、2-ベンチアソリン-8-オノン[製品名:アロキセルXL(アビシア製)]、3、4-イソチアソリン-3-オノン、4、4-ジメチルオキサソリジン等を含むことができる。

【0043】

さらに、インクジェット記録用インクは、記録ヘッドのノズルが乾燥するのを防止する目的で、尿素、チオ尿素、及び/又はエチレン尿素等を含むことができる。

【0044】

インクジェット記録用インクは、それぞれ、表面張力が25~45mN/mであることが好ましく、30~40mN/mであることが更に好ましい。表面張力が25mN/m未満であると、ヘッドのノズル周辺部を温らすため吐出安定性が低下するおそれがあり、45mN/mを超えると、普通紙上においてみが発生したり、多色印刷の場合にブリードが発生するおそれがある。

【0045】

尚、本発明の実施形態に係る金の水系分散液を用いたインクジェット記録用インクは、紙等の媒体に印刷された時点で金色を呈するものではなく、その後の処理(例えば、加熱処

10

20

80

40

50

理、UV処理等)によって金色の光沢を呈するものも含む。また基板上に印刷を行う事で電子回路のバターニングや端子の処理等に使用する事も可能である。

【0046】

【実施例】

以下、実施例及び比較例を挙げ、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0047】

(1) 金の水系分散液の製造

実施例1

0.03mol/lの塩化金酸(HAuCl₄)水溶液30mLを反応容器に入れ、次いで0.05mol/lの臭化テトラオクチルアンモニウムのトルエン溶液80mLを添加して、反応用水相と有機溶媒相の2相からなる混合液を調製した。常温、常圧下で3時間

混合して、塩化金酸を反応用水相から有機溶媒相へ移動させた。その後、0.4mol/lの水素化ホウ素ナトリウム水溶液25mLを添加し、常温、常圧下で3時間混合して、反応させた。反応終了後、反応用水相は無色透明であり、有機溶媒相は暗紫色であった。反応用水相と有機溶媒相を分離させて、金コロイドのトルエン分散液を得た。

別に、0.1mol/lの水酸化ナトリウム水溶液27mLに、0.3mol/lのHS(CH₂)₂COOH水溶液(HS(CH₂)₂COOHはナカライトスク社製のものを使用)を9mL添加し、イオン交換水4mLを加えて十分し、40mLの移動用水相を準備した。

反応容器にこの移動用水相を注ぎ入れ、これに上記にて調製した金コロイドのトルエン分散液を加え、を開始した。常温、常圧下で2時間し、金コロイドを移動用水相へ移動させた。移動操作終了後、移動用水相とトルエン相を分離し、金コロイドの分散液(実施例1の金の水系分散液)を得た。この時の金コロイド濃度は約4重量%であった。尚、この分散液をガラス板上に塗布し、150℃に加熱しながら低圧水銀灯でUV照射を行うことによって、ガラス基板上に金光沢を有する膜が形成できることを確認した。

【0048】

(2) インクジェット記録用インクの製造

実施例2

下記に記載の成分を配合・溶解させてインク溶媒1を調製した。次いで、実施例1の金の水系分散液(30%)をさせながら、インク溶媒1(10%)を徐々に滴下して、常温で20分間した。その後、5μmのメンブランフィルターで過して、実施例2のインクジェット記録用インクを調製した。インク中にあいて、金微粒子は安定に分散していた。

【0049】

インク溶媒1

グリセリン	4.8重量%
ノニオン系界面活性剤 (Air Product and Chemicals社製、 商品名サーフィノール465)	4.0重量%
トリエタノールアミン	4.0重量%
1,2-ヘキサンジオール	12.0重量%
糖アルコール(林原生物化学研究所製、 商品名HS-500)	16.0重量%
イオン交換水	残量

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

C 09 D 17/00

F I

B 41 J 3/04 101Y

テーマコード(参考)

(72)発明者 福井 俊巳

京都府京都市下京区中堂寺南町134番地 京都リサーチパーク 株式会社関西新技術研究所内

(72)発明者 佐藤 彩子

京都府京都市下京区中堂寺南町134番地 京都リサーチパーク 株式会社関西新技術研究所内

(72)発明者 山田 憲司

京都府京都市下京区中堂寺南町134番地 京都リサーチパーク 株式会社関西新技術研究所内

F ターム(参考) 2C056 FC02

2H086 BA53 BA55 BA59

4J037 AA04 EE08 EE19 EE28

4J039 BA06 GA24

4K017 AA08 BA02 EJ01